

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—95674

⑪ Int. Cl.³
C 04 B 35/56

識別記号

庁内整理番号
7412—4G

⑬ 公開 昭和55年(1980)7月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ セラミックダイス用材料の製造方法

① 特 願 昭54—2344

② 出 願 昭54(1979)1月13日

③ 発 明 者 小川一樹

福岡市南区大字塩原字山王460
番地日本タングステン株式会社
内

④ 発 明 者 古川満彦

福岡市南区大字塩原字山王460

⑤ 発 明 者 北平孝

番地日本タングステン株式会社
内

福岡市南区大字塩原字山王460

番地日本タングステン株式会社
内

⑥ 出 願 人 日本タングステン株式会社

福岡市南区大字塩原字山王460
番地

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックダイス用材料の製造方法

2. 特許請求の範囲

炭化元素粉末の表面を エタノール溶液 中に浸漬した粉末を高温圧縮焼結法により焼結する事を特徴とするセラミックダイス用材料の製造方法

3. 発明の詳細な説明

本発明は耐摩耗性に優れ、かつ高強度なBCダイスの製造方法に関するものである。

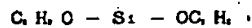
炭化元素はダイヤモンドに次ぐ高硬度材料でしかも密度が小さく化学的安定性の特徴を有しており、その用途としてダイス、シールリング、ドリフター、研削材、強度取扱い用機器部品などがあるが、一方高融点で焼結が困難であり、単に炭化元素粉末を融点近くの温度で焼結して

も満足な焼結体は得られない。そこで従来炭化元素粉末に金属を添加し、焼結する方法により曲げ強度 60 kg/cm² 以上の焼結体を得られていたが炭化元素を金属で結合しているため高温での強度また耐摩耗性に対して著しく劣るという欠点があつた。また金属結合による焼結でなく、炭化元素の焼結法として黒鉛型を使用し 2100℃ 以上の温度で加圧焼結するホットプレス法にて焼結がなされているが、この方法は炭化元素に何ら添加剤を加えることなく、焼結可能なので得られる炭化元素焼結体は炭化元素の優れた特性をそのまま有しているけれども、焼結温度が、2000℃ を越し、黒鉛型の侵蝕や変形の損傷が大きく製造コストが高く、また結晶粒子の成長が生じ結晶粗大化となり曲げ強度も約 50 kg/cm² と低く、また硬度も低いためその用途も限られており、ダイスとして使用した場合にも耐摩耗性が劣り炭化元素自体の優れた特性を発揮できなかつた。

本発明では上記欠点を解消し、耐摩耗性に優

れ、高密度、高強度をB、Cダイス用材料の製造方法を提供せんとするものであり、その要旨は炭化硼素粉末の表面をエチルシリケートで被覆して高温圧縮焼結することであり、この場合のエチルシリケート添加量はSi分として(B、C+Si)の2~20重量%が好ましく、又焼結温度は1900~1950℃が好ましいものである。

なおエチルシリケートとは、その構造式は下記する如き単量体



の他に、上記単量体が4~6個直鎖状または分岐状に数分子結合した低重合体構造をしている。またこのエチルシリケートは通常は無色透明の油状液体である。

以下本願発明を開発するに至つた一連の実験及びその結果について述べる。

- 3 -

なお上記第1表中の底9の試験片について、2100℃、200 kg/cm²、60分間の条件で焼結したものについて比重、硬さ、曲げ強さを測定した結果は、比重244、硬さHR15-Nの959、曲げ強さ47 kg/cm²であつた。

(実験II)

350メッシュ以下の炭化硼素粉末に350メッシュ以下のSiおよびSiC粉末を第2表に示す様に配合し、黒鉛型を用いて1950℃の温度、圧力200 kg/cm²焼結時間60分間の条件下で50×50×55mmの焼結体を得た。

次に各々の焼結体をダイヤモンド砥石で切断後研削して4個の5×8×24mmの試験片を作成し、各種試験に得られた測定値を同じく第2表に示す。

第2表

底	添加物(重量%)	比重	硬さ(HR15-N)	曲げ強さ kg/cm ²
10	Si (2)	250	978	72
11	SiC (2)	247	973	71

- 5 -

(実験I)

350メッシュ以下のB、C粉末粒子表面に水とアルコールで希釈し、かつ触媒として希塩酸を入れたエチルシリケートをシリコン量で(B、C+Si)に対して第1表で示す各量となる様配合したものを、黒鉛型を用いて1800℃、1900℃、1950℃の各温度、圧力200 kg/cm²、焼結時間60分間の条件下で50×50×55mmの焼結体を得た。次いで各々の焼結体をダイヤモンド砥石で切断後研削して各4個の5×8×24mmの試験片を作成し、各種試験をして得られた測定値を同じく第1表に示す。

第1表

底	重量%	1800℃			1900℃			1950℃		
		比重	硬さ HR15-N	曲げ強さ kg/cm ²	比重	硬さ HR15-N	曲げ強さ kg/cm ²	比重	硬さ HR15-N	曲げ強さ kg/cm ²
1	1	焼結不良			250	915	57	253	984	67
2	2	焼結不良			257	915	31	255	980	84
3	10	焼結不良			258	920	55	258	980	79
4	15	—	755	14	258	958	40	253	980	80
5	20	—	940	26	245	940	65	254	980	136
6	50	—	605	13	240	845	14	251	975	52
7	50	焼結ワレ			焼結ワレ			焼結ワレ		
8	70	焼結ワレ			焼結ワレ			焼結ワレ		
9	80	焼結不良			焼結不良			焼結不良		

- 4 -

(実験III)

350メッシュ以下の炭化硼素粉末に平均粒子径1μmのTaC粉末を05重量%添加し、黒鉛型を用いて1950℃の温度、圧力200 kg/cm²、焼結時間60分間の条件下で50×50×55mmの焼結体を作り、この焼結体をダイヤモンド砥石で切断後研削して4個の5×8×24mmの試験片を作成し、比重、硬さ、曲げ強さを測定して得られた結果を第3表に示す。

第3表

底	比重	硬さ HR15-N	曲げ強さ kg/cm ²
12	249	964	60

(実験IV)

実験例1~3で1950℃の温度で焼結した試料底1, 2, 3, 4, 5, 6, 9, 10, 11, 12の材料を4×2×10mmの板にダイヤモンド砥石で切断後巾4mm面を40°の角度となる様に先端を尖らし、これを固定片とし図面に示す様に外径44内径10×厚さ7mmの超硬合金円盤(材質WC-6Co)を回転さし

- 6 -

この固定片と回転片との接触荷重を15kg、摩擦速度を100 mm/分とし摩擦距離10mm時の固定片の摩耗体積を測定した。その結果を第4表に示す。

第4表

試料番号	1	2	3	4	5	6	9	10	11	12
体積減 mm ³	0.040	0.025	0.025	0.020	0.025	0.045	0.040	0.035	0.035	0.05

以上の実験結果から次の事が判る。即ちB₂C粉末にエチルシリケートを被覆して焼結したものでは無添加のもの(試料番号9)に比べて曲げ強さおよび硬さが向上し耐摩耗性にも優れている事がわかる。またエチルシリケート無添加のものでは焼結する温度が高く、その焼結体の脆性質はあまりよくない。

第1表及び第4表から見るにエチルシリケートの添加量はSi分として2重量%以上は必要であるが多くなりすぎて50重量%になると曲げ強さが著しく低下しており、また更に50及び70重量%のものはいずれも焼結割れを生じる。

耐摩耗試験の実験Nに於ても本願方法によつ

- 7 -

特開55-95674(公)

て製造した試料2, 3, 4, 5は耐摩耗性に優れておりディスクとして使用した場合従来の超硬質材である超硬合金(硬さHRA 91.0)を用いたディスクと比較検討した結果は引抜及び伸縮速度を従来のものの2倍に高めても焼付をいし、ディスク面の損傷変形も生じず連続作業者に耐え、製品の仕上げ精度を向上し美観を仕上げ面を得た。また本願方法によつて製造したディスクは従来のB₂Cディスクに較べディスク寿命は約3割向上することが判つた。

なお、本願方法によつて製造された材料の成分をX線分析分析法で調べたところ添加されたエチルシリケートは殆んど SiO_2 となつて、B₂Cと均一に混合していることが判つた。

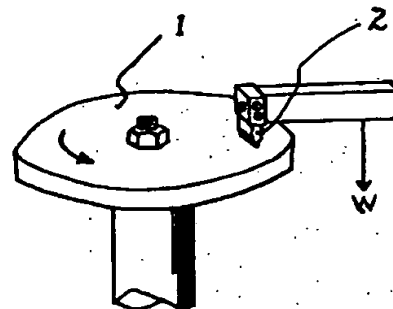
以上述べて来た様に本願発明方法によれば、従来のディスクに比べて寿命が長く製品の仕上げ精度を向上するディスク用材料を得ることができる。

- 8 -

4. 図面の簡単な説明

図面は実験Nで用いた実験装置の説明図。

図中(1)は超硬合金回転片、(2)はB₂C固定片、(W)は接触荷重を示す。



- 9 -